

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-141674

(43)Date of publication of application : 25.05.2001

(51)Int.Cl.

G01N 23/207

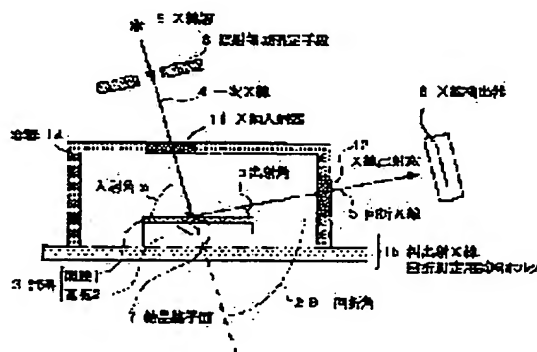
(21)Application number : 11-325345

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 16.11.1999

(72)Inventor : TAKADA KAZUHIRO  
NOMA TAKASHI**(54) SAMPLE HOLDER FOR MEASURING DIFFRACTION OF OBLIQUELY EMITTED X-RAYS AND APPARATUS AND METHOD FOR MEASURING DIFFRACTION OF OBLIQUELY EMITTED X-RAYS USING THE SAME**

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To measure a diffraction pattern having a desired S/B ratio by reducing the scattering of air around a sample by a simple method without scaling up an apparatus in the case of the measurement of the diffraction of obliquely emitted X-rays.**SOLUTION:** A sample holder 15 for measuring the diffraction of obliquely emitted X-rays is constituted of a container 14 holding a sample 3 therein, and an atmosphere control means 13 for controlling the atmosphere in the container 14. An X-ray incident window 11 for permitting primary X-rays 4 to transmit to allow the same to be incident on the sample 3, and an X-ray emitting window 12 for permitting diffracted X-rays to transmit to emit the same to the outside, are formed to the container 14 so as to be separated mutually. When the diffraction of obliquely emitted X-rays is measured, primary X-rays 4 are emitted from an X-ray source 9 in such a state that the atmosphere in the container 14 holding the sample 3 therein is controlled by the atmosphere control means 13 to be diffracted by the sample 3, and the diffracted X-rays 5 are detected and recorded by an X-ray detector 6 to measure the diffraction pattern of the sample 3.**EC STATUS**

Date of request for examination]

Date of sending the examiner's decision of rejection]

Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

Date of final disposal for application]

Patent number]

Date of registration]

Number of appeal against examiner's decision of rejection]

Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-141674

(P2001-141674A)

(43) 公開日 平成13年5月25日(2001.5.25)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

G 0 1 N 23/207

識別記号

F I

G 0 1 N 23/207

データベース(参考)

2 G 0 0 1

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-325345

(22) 出願日 平成11年11月16日(1999.11.16)

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72) 発明者 高田 一広

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(72) 発明者 野間 敬

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(74) 代理人 100088328

弁理士 金田 暢之 (外2名)

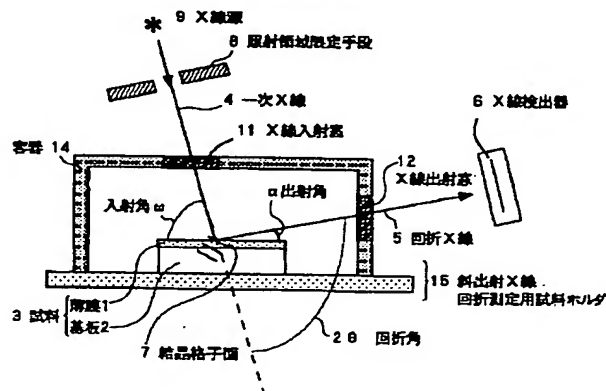
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 斜出射X線回折測定用試料ホルダ及びこれを用いた斜出射X線回折測定装置、並びに、これを用いた斜出射X線回折測定方法

(57) 【要約】

【課題】 斜出射X線回折測定を行う場合において、装置を大型化させることなく簡易な方法で試料周辺の空気散乱を低減させることにより、所望のS/B比を有する回折パターンを測定する。

【解決手段】 斜出射X線回折測定用試料ホルダ15が、試料3を内部に保持する容器14と、容器14の内部の雰囲気制御するための雰囲気制御手段13とから構成され、容器14には、一次X線4を透過させて試料3に入射させるためのX線入射窓11及び回折X線を透過させて外部に出射させるためのX線出射窓12とが互いに分離して形成される。斜出射X線回折測定を行う場合は、試料3が保持された容器14内の雰囲気が雰囲気制御手段13により制御された状態で、X線源9から一次X線4が放射され、試料3にて回折された回折X線5の検出・記録がX線検出器6にて行われて試料3の回折パターンが測定される。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 試料の表面に一次 X 線を入射し、該一次 X 線が試料の表面にて回折された回折 X 線の出射方向を試料の表面に対して予め決められた角度よりも小さな角度に規定し、該回折 X 線の、前記一次 X 線の入射方向に対する出射角度及び X 線強度を測定する斜出射 X 線回折測定に用いられる斜出射 X 線回折測定用試料ホルダであって、

前記試料を内部に保持可能に構成され、かつ、前記一次 X 線を透過させて内部に保持された前記試料に入射させるための X 線入射窓と前記回折 X 線を透過させて外部に出射させるための X 線出射窓とが互いに分離して形成された容器と、

前記容器の内部の雰囲気制御するための雰囲気制御手段とを有することを特徴とする斜出射 X 線回折測定用試料ホルダ。

【請求項 2】 請求項 1 に記載の斜出射 X 線回折測定用試料ホルダにおいて、前記雰囲気制御手段は、前記出射角度及び X 線強度を測定する場合に、前記容器の内部を真空にすることを特徴とする斜出射 X 線回折測定用試料ホルダ。

【請求項 3】 請求項 2 に記載の斜出射 X 線回折測定用試料ホルダにおいて、前記雰囲気制御手段は、真空ポンプを用いて前記容器の内部を真空にすることを特徴とする斜出射 X 線回折測定用試料ホルダ。

【請求項 4】 請求項 1 に記載の斜出射 X 線回折測定用試料ホルダにおいて、前記雰囲気制御手段は、前記出射角度及び X 線強度を測定する場合に、前記容器の内部の空気をヘリウムで置換することを特徴とする斜出射 X 線回折測定用試料ホルダ。

【請求項 5】 請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 項に記載の斜出射 X 線回折測定用試料ホルダを用いた斜出射 X 線回折測定装置であって、前記一次 X 線を放射する X 線源と、前記試料に対する前記一次 X 線の照射領域を制限するための照射領域制限手段と、前記斜出射 X 線回折測定用試料ホルダを保持するとともに、前記 X 線源から前記照射領域制限手段及び前記 X 線入射窓を介して前記試料に入射された前記一次 X 線が、前記試料の表面に対して予め決められた角度よりも小さな角度で回折されるように規定するための規定手段と、前記試料の表面にて回折し、前記 X 線出射窓から前記斜出射 X 線回折測定用試料ホルダの外部に出射された前記回折 X 線を検出するとともに、検出された前記回折 X 線の、前記一次 X 線の入射方向に対する出射角度及び X 線強度を測定して記録する X 線検出器とを有することを特徴とする斜出射 X 線回折測定装置。

【請求項 6】 請求項 5 に記載の斜出射 X 線回折測定装置を用いた斜出射 X 線回折測定方法であって、

前記雰囲気制御手段によって、前記斜出射 X 線回折測定用試料ホルダの前記容器内の雰囲気を制御し、前記 X 線源によって、前記一次 X 線を放射し、前記照射領域制限手段によって、前記一次 X 線の前記試料に対する照射領域を制限し、前記規定手段によって、前記 X 線源から前記照射領域制限手段及び前記 X 線入射窓を介して前記試料に入射された前記一次 X 線が、前記試料の表面に対して予め決められた角度よりも小さな角度で回折されるように規定し、前記 X 線検出器によって、前記試料の表面にて回折し、前記 X 線出射窓から前記斜出射 X 線回折測定用試料ホルダの外部に出射された前記回折 X 線を検出するとともに、検出された前記回折 X 線の、前記一次 X 線の入射方向に対する出射角度及び X 線強度を測定して記録することとを特徴とする斜出射 X 線回折測定方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、多結晶性の薄膜試料の構造を解析するための斜出射 X 線回折測定に用いられる斜出射 X 線回折測定用試料ホルダ及びこれを用いた斜出射 X 線回折測定装置、並びに、これを用いた斜出射 X 線回折測定方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、薄膜材料は、種々の電子デバイスに用いられており、電子デバイスの特性を決定する上で重要な役割を果たしている。このため、薄膜材料の構造や、薄膜材料の表面あるいは界面の状態を適切に評価することが新規デバイス開発のキーポイントになる。

【0003】薄膜材料の評価方法として X 線を用いる場合、評価対象となる試料を非破壊で測定可能であるという利点から、X 線を用いた薄膜材料の評価方法が頻繁に用いられている。

【0004】X 線を用いた薄膜材料の評価方法においては、上述した利点以外にも、薄膜材料の結晶構造の情報とともに、薄膜材料の表面密度や膜厚や粗さ等の情報をも得ることができるという利点がある。

【0005】従来の X 線を用いた薄膜材料の評価方法における X 線に対する薄膜材料の測定配置は、以下に記載する 2 種類の配置に大別される。

(1) X 線を薄膜材料の表面に対して低角度で入射させるような配置（以下、斜入射配置と称する）

(2) 薄膜材料に入射された X 線を、この薄膜材料の表面に対して低角度で出射させるような配置（以下、斜出射配置と称する）

このように、薄膜材料の配置を、斜入射配置または斜出射配置とすることにより、薄膜材料を高感度で測定することが可能である。特に、薄膜材料の配置を斜出射配置とする場合は、薄膜材料に入射される X 線のプローブ径を適宜選択することにより、薄膜材料における微小領域を評価することが可能になる。

【0006】このため、薄膜材料における微小領域を評価する場合には、薄膜材料の測定配置として斜出射配置が一般に用いられている。

【0007】以下に、斜出射配置の薄膜材料のX線回折測定について説明する。なお、以下の記載では、斜出射配置の薄膜材料のX線回折測定を、特に、斜出射X線回折測定と称する。

【0008】図4は、従来の斜出射X線回折測定装置の一構成例を示す図であり、評価対象となる試料の周辺の構成を示す。

【0009】図4に示すように本構成例においては、基板2上に薄膜1が形成された試料3と、試料3に対して単一波長の一次X線4を放射するX線源9と、X線源9から放射された一次X線4の試料3に対する照射領域を制限するための照射領域制限手段8と、試料3における結晶格子面7にて回折された回折X線5の試料3表面に対する出射角 $\alpha$ を制限するための出射角制限手段10と、出射角制限手段10を通過した回折X線5を検出するとともに、検出された回折X線5の、一次X線4の入射方向に対する出射角度（以下、回折角 $2\theta$ と称する）及びX線強度を測定して記録するX線検出器6とが設けられている。

【0010】X線源9には、各種のX線管や、単色化されたシンクロトロン放射光等が用いられる。また、X線源9から放射される一次X線4は、平行ビームであることが好ましく、更に、この平行ビームの発散角は $0.5^\circ$ 以下であることが好ましい。

【0011】照射領域制限手段8には、1つまたは複数のスリットからなるスリットシステムや、1つまたは複数のX線反射鏡からなる集光システムや、各種コリメーターや、キャピラリーを利用したX線導管等が用いられる。照射領域制限手段8にて制限される一次X線4の試料3に対する照射領域は、数 $\mu\text{m}$ ～数 $\text{mm}$ 程度の範囲で適宜選択される。

【0012】試料3は、回転機構を具備するゴニオメーター（不図示）に保持されており、このゴニオメーターの回転機構により回転可能である。これにより、試料3の表面に対する一次X線4の入射角 $\omega$ 及び試料3の表面に対する回折X線5の出射角 $\alpha$ が自由に設定可能になる。

【0013】X線検出器6は、試料3の回転と連動し、試料3における回転軸の周りを旋回するように設置されている。また、X線検出器6には、通常のシンチレーションカウンタや、比例計数管や、PSPC（位置敏感型比例計数管）や、イメージングプレート等が用いられ、特に、PSPCや、イメージングプレート等の多次元検出器を用いた場合には、X線検出器6を移動させることなく、回折X線5が検出されることになる。

【0014】出射角制限手段10は、試料3の回転と連動して旋回し、試料3における回転軸の周りを旋回する

ように設置されており、これにより、試料3の表面に対する回折X線5の出射角 $\alpha$ が一定の範囲内に保たれる。また、出射角制限手段10には、スリットや遮断部材等が用いられる。

【0015】なお、薄膜1の測定を行う場合には、試料3の表面に対する回折X線5の出射角 $\alpha$ が低角度になるように、入射角 $\omega$ 及び出射角 $\alpha$ を設定する必要がある。試料3の表面に対する回折X線5の出射角 $\alpha$ が低角度になるように設定することにより、試料3の表面からの情報が強調されるため、試料3の表面に形成された薄膜1の測定が可能になる。

【0016】以下に、上記のように構成された斜出射X線回折測定装置の動作について説明する。

【0017】X線源9から単一波長の一次X線4が放射されると、この一次X線4が照射領域制限手段8にて試料3に対する照射領域が制限されて試料3に入射される。試料3に入射された一次X線4は、試料3における結晶格子面7にて回折され、回折X線5として出射される。

【0018】本従来例においては、試料3が設置されたゴニオメーター（不図示）の回転機構により、試料3の表面に対する回折X線5の出射角 $\alpha$ が低角度になるように、試料3の表面に対する一次X線4の入射角 $\omega$ が所定の角度に固定されている。

【0019】試料3から出射された回折X線5のうち、出射角制限手段10にて出射角 $\alpha$ が制限され、出射角制限手段10を通過した回折X線5がX線検出器6に到達する。

【0020】回折X線5がX線検出器6に到達すると、X線検出器6において、この回折X線5が検出され、検出された回折X線5の回折角 $2\theta$ 及びX線強度が測定されて記録される。

【0021】また、試料3の表面に対する回折X線5の出射角 $\alpha$ が低角度になるような範囲内に設定されているため、測定された回折パターンに薄膜1の回折ピークが検出されることになる。

【0022】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上述したような従来の斜出射X線回折測定装置においては、一次X線が試料表面に照射される間は大気中であるため、その間を通過したX線によって空気散乱が生じてしまう。

【0023】このような空気散乱は、X線検出器にて回折X線と共に検出されてしまい、これにより、斜出射X線回折測定におけるバックグラウンドが大きくなってしまう。

【0024】斜出射X線回折測定装置においては、一次X線の試料に対する照射領域が制限されることから、試料の表面で回折された回折X線の強度が微弱であるため、バックグラウンドを十分に低減させて所望のS/B

比を有する回折パターンを測定することが重要な課題である。

【0025】空気散乱を除去する方法としては、試料の周辺を真空にする方法があり、例えば、その技術が特開平6-102213号公報に開示されている。

【0026】しかしながら、特開平6-102213号公報に開示されたものにおいては、X線の透過領域が測定領域以上の180°の範囲に渡って設けられているため、斜出射X線回折測定におけるバックグラウンドの低減のためには必ずしも最適な構成ではない。また、構成が非常に大型であるとともに、専用の装置が必要であるため、容易に斜出射X線回折測定を行うことができないという問題点がある。

【0027】本発明は上述したような従来の技術が有する問題点に鑑みてなされたものであって、斜出射X線回折測定を行う場合において、装置を大型化させることなく簡易な方法で試料周辺の空気散乱を低減させることにより、所望のS/B比を有する回折パターンを測定することができる斜出射X線回折測定用試料ホルダ及びこれを用いた斜出射X線回折測定装置、並びに、これを用いた斜出射X線回折測定方法を提供することを目的とする。

【0028】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために本発明は、試料の表面に一次X線を入射し、該一次X線が試料の表面にて回折された回折X線の出射方向を試料の表面に対して予め決められた角度よりも小さな角度に規定し、該回折X線の、前記一次X線の入射方向に対する出射角度及びX線強度を測定する斜出射X線回折測定に用いられる斜出射X線回折測定用試料ホルダであって、前記試料を内部に保持可能に構成され、かつ、前記一次X線を透過させて内部に保持された前記試料に入射させるためのX線入射窓と前記回折X線を透過させて外部に出射させるためのX線出射窓とが互いに分離して形成された容器と、前記容器の内部の雰囲気制御するための雰囲気制御手段とを有することを特徴とする。

【0029】また、前記雰囲気制御手段は、前記出射角度及びX線強度を測定する場合に、前記容器の内部を真空にすることを特徴とする。

【0030】また、前記雰囲気制御手段は、真空ポンプを用いて前記容器の内部を真空にすることを特徴とする。

【0031】また、前記雰囲気制御手段は、前記出射角度及びX線強度を測定する場合に、前記容器の内部の空気をヘリウムで置換することを特徴とする。

【0032】また、前記斜出射X線回折測定用試料ホルダを用いた斜出射X線回折測定装置であって、前記一次X線を放射するX線源と、前記試料に対する前記一次X線の照射領域を制限するための照射領域制限手段と、前記斜出射X線回折測定用試料ホルダを保持するとともに、

前記X線源から前記照射領域制限手段及び前記X線入射窓を介して前記試料に入射された前記一次X線が、前記試料の表面に対して予め決められた角度よりも小さな角度で回折されるように規定するための規定手段と、前記試料の表面にて回折し、前記X線出射窓から前記斜出射X線回折測定用試料ホルダの外部に出射された前記回折X線を検出するとともに、検出された前記回折X線の、前記一次X線の入射方向に対する出射角度及びX線強度を測定して記録するX線検出器とを有することを特徴とする。

【0033】また、前記斜出射X線回折測定装置を用いた斜出射X線回折測定方法であって、前記雰囲気制御手段によって、前記斜出射X線回折測定用試料ホルダの前記容器内の雰囲気を制御し、前記X線源によって、前記一次X線を放射し、前記照射領域制限手段によって、前記一次X線の前記試料に対する照射領域を制限し、前記規定手段によって、前記X線源から前記照射領域制限手段及び前記X線入射窓を介して前記試料に入射された前記一次X線が、前記試料の表面に対して予め決められた角度よりも小さな角度で回折されるように規定し、前記X線検出器によって、前記試料の表面にて回折し、前記X線出射窓から前記斜出射X線回折測定用試料ホルダの外部に出射された前記回折X線を検出するとともに、検出された前記回折X線の、前記一次X線の入射方向に対する出射角度及びX線強度を測定して記録することを特徴とする。

【0034】（作用）上記のように構成された本発明においては、斜出射X線回折測定用試料ホルダが、試料を内部に保持する容器と、容器の内部の雰囲気を制御するための雰囲気制御手段とから構成されており、容器に設けられたX線入射窓を介して一次X線が透過して容器の内部に保持された試料に入射され、試料にて回折された回折X線が、容器に設けられたX線出射窓を介して透過して容器の外部に出射される。

【0035】ここで、試料が保持された容器内の雰囲気が雰囲気制御手段により制御された状態で斜出射X線回折測定が行われるため、装置を大型化させることなく、バックグラウンドの原因となる試料周辺における空気散乱が除去され、その結果、良好なS/B比を有する回折パターンが測定される。

【0036】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の実施の形態について図面を参照して説明する。

【0037】図1は、本発明の斜出射X線回折測定用試料ホルダの実施の一形態を示す図であり、(a)は、外観斜視図、(b)は、断面図である。なお、本形態においては、評価対象となる試料3が予め内部に固定され、内部に固定された試料3に対してX線源（不図示）から一次X線4が放射されるものとする。

【0038】図1に示すように本形態においては、試料

3を内部に保持する容器14と、容器14の内部の雰囲気制御するための雰囲気制御手段13とが設けられている。

【0039】更に、容器14においては、X線源（不図示）から放射された一次X線4を透過させて容器14の内部に固定された試料3に入射させるためのX線入射窓11と、一次X線4として試料3に入射され、試料3にて回折された回折X線5を透過させて容器14の外部に出射させるためのX線出射窓12とが互いに分離して形成されている。

【0040】なお、X線入射窓11及びX線出射窓12は、容器14の内部と外部との雰囲気を分離させる機能も備えている。

【0041】本形態においては、一次X線4の試料3の表面に対する入射角が入射角 $\omega$ であり、また、回折X線5の試料3の表面から測定した角度が出射角 $\alpha$ である。

【0042】X線入射窓11に用いられる材料としては、一次X線4を透過させるものが適宜選択され、例えば、金属Be箔や、Al蒸着マイラーや、カプトン（耐熱高分子フィルム）が用いられる。

【0043】また、X線入射窓11の大きさは、一次X線4のビーム形状や入射角 $\omega$ に基づいて、一次X線4がX線入射窓11によって遮られることなく試料3に入射されるような大きさに設定される。

【0044】X線出射窓12に用いられる材料としては、回折X線5を透過させるものが適宜選択され、上述したX線入射窓11と同様の材料が用いられる。

【0045】また、X線出射窓12の大きさは、試料3の表面に薄膜が形成されている場合に、この薄膜を測定可能にするために、試料3の表面に対する回折X線5の出射角 $\alpha$ が低角度になるような大きさに設定される。

【0046】容器14内は、雰囲気制御手段13を介してロータリーポンプ等の真空ポンプ（不図示）で内部の空気を排気することにより、容器14の内部の雰囲気を真空状態に制御する。容器14の内部の雰囲気を0.13～1.33Pa程度の低真空にすることにより、一次X線4による試料近傍で発生するX線の空気散乱を防止することができる。

【0047】また、雰囲気制御手段13は、容器14の内部の空気をHe等で置換することにより、容器14の内部の雰囲気を制御することもできる。容器14の内部の空気をHe等で置換した場合においては、容器14の内部が大気圧であっても、X線の空気散乱を防止することができるという利点がある。

【0048】容器14のX線入射窓11及びX線出射窓12以外の部分の材料としては、容器14の内部の雰囲気に対応して最適な材料を適宜選択すれば良く、通常は、Al等の金属製の材料が用いられる。また、ガラス等の透明な材料も、強度の問題が解消されれば使用可能である。ガラス等の透明な材料を使用した場合において

は、容器14の内部の様子を外部から観察することができるという利点がある。

【0049】上記のように構成された斜出射X線回折測定用試料ホルダにおいては、まず、試料3が容器14の内部の試料台（不図示）等に固定され、次に、雰囲気制御手段13により容器14の内部の雰囲気が制御され、その後、試料3の測定が開始される。

【0050】以下に、図1に示した斜出射X線回折測定用試料ホルダを用いた斜出射X線回折測定装置について説明する。

【0051】図2は、図1に示した斜出射X線回折測定用試料ホルダを用いた斜出射X線回折測定装置の実施の一形態を示す図であり、試料3の周辺構成を示す。

【0052】なお、本形態においては、図4に示した従来の斜出射X線回折測定装置と同様の部分については、同一の符号を付して詳細な説明を省略する。

【0053】図2に示すように本形態においては、基板2上に薄膜1が形成された試料3が内部に固定される斜出射X線回折測定用試料ホルダ15と、斜出射X線回折測定用試料ホルダ15の内部に固定された試料3に対して単一波長の一次X線4を放射するX線源9と、X線源9から放射された一次X線4の試料3に対する照射領域を制限するための照射領域制限手段8と、試料3における結晶格子面7にて回折された回折X線5を検出するとともに、検出された回折X線5の、一次X線4の入射方向に対する出射角度（以下、回折角 $2\theta$ と称する）及びX線強度を測定して記録するX線検出器6とが設けられている。

【0054】斜出射X線回折測定用試料ホルダ15は、回転機構を具備する規定手段であるゴニオメーター（不図示）に保持されており、このゴニオメーターの回転機構により回転可能である。これにより、試料3の表面に対する一次X線4の入射角 $\omega$ 及び試料3の表面に対する回折X線5の出射角 $\alpha$ が自由に設定可能になる。

【0055】以下に、上記のように構成された斜出射X線回折測定装置の動作について、図1及び図2を参照して説明する。

【0056】まず、試料3が斜出射X線回折測定用試料ホルダ15における容器14内の試料台（不図示）に固定され、試料3が固定された斜出射X線回折測定用試料ホルダ15が、斜出射X線回折測定装置の試料台（不図示）に固定される。

【0057】次に、雰囲気制御手段13により、容器14の内部の雰囲気が制御される。

【0058】次に、X線源9から単一波長の一次X線4が放射され、照射領域制限手段8にて試料3に対する照射領域が制限された一次X線4が、X線入射窓11を透過して斜出射X線回折測定用試料ホルダ15の容器14内に固定された試料3に入射される。

【0059】試料3に入射された一次X線4は、試料3

における結晶格子面7にて回折され、回折X線5としてX線出射窓12を透過して斜出射X線回折測定用試料ホルダ15の外部に出射される。

【0060】本形態においては、試料3が設置されたゴニオメーター（不図示）の回転機構により、試料3の表面に対する回折X線5の出射角 $\alpha$ が予め決められた角度よりも小さな低角度になるように、試料3の表面に対する一次X線4の入射角 $\omega$ が所定の角度に固定されている。

【0061】斜出射X線回折測定用試料ホルダ15の外部に出射された回折X線5がX線検出器6に到達すると、X線検出器6において、この回折X線5が検出され、検出された回折X線5の回折角 $2\theta$ 及びX線強度が測定されて記録される。

【0062】本形態においては、雰囲気制御手段13により試料3が保持された容器14の内部の雰囲気が制御された状態で試料3の回折パターンが測定されるため、装置を大型化させることなく、試料3の周辺から発生するX線による空気散乱を除去することができる。

【0063】

【実施例】以下に、本発明の実施例について説明する。なお、本発明は、以下に記載する実施例に限定されるものではなく、本発明の目的を達成する範囲内であれば、各構成要素の置換あるいは設計変更がなされたものであってもよい。

【0064】（第1の実施例）本実施例においては、図2に示した斜出射X線回折測定装置を用いて、以下の測定条件で試料3の回折パターンを測定した。

【0065】まず、容器14の内部に試料3が固定された斜出射X線回折測定用試料ホルダ15を本装置における試料台（不図示）に固定し、容器14の内部の空気をロータリーポンプにより排気して容器14の内部の真空度を0.13～1.33Pa程度に制御する。

【0066】続いて、試料3の表面に対する一次X線4の入射角 $\omega$ を57.5°に固定した状態で回折X線5を出射し、回折X線5の回折角 $2\theta$ 及びX線強度を300秒間、測定・記録することにより試料3の回折パターンを測定する。

【0067】なお、試料3としては、石英からなる基板2上に、真空蒸着により膜厚が約30nmのパラジウムの薄膜1を形成したものをを用いた。

【0068】また、斜出射X線回折測定用試料ホルダ15には、X線入射窓11の大きさが、 $L1=15\text{mm}$ 、 $t1=15\text{mm}$ であり、X線出射窓12の大きさが、 $L2=12\text{mm}$ 、 $t2=15\text{mm}$ であるものをを用いた。

【0069】また、X線入射窓11及びX線出射窓12の材料は、金属Be箔であり、容器14のX線入射窓11及びX線出射窓12以外の部分の材料は、Alである。

【0070】また、X線源9には、Crを対陰極とする

回転対陰極X線管を用い、この回転対陰極X線管を管電圧40kV、管電流200mAで駆動した。なお、X線焦点は、ラインフォーカスとし、実効焦点の幅は0.05mm、長さは10mmである。

【0071】また、照射領域制限手段8には、幅0.15mmのスリットを用い、このスリットをX線源9から100mmの位置に設置した。なお、照射領域制限手段8は、試料3からは85mmの位置にある。

【0072】また、X線検出器6には、直線型のPSPCを用い、このPSPCを試料3から300mmの位置に設置した。

【0073】上述した測定条件により、試料3の回折パターンの測定を行った結果、X線検出器6において、図3に示す回折パターンが測定された。

【0074】図3は、図2に示したX線検出器6にて測定された回折パターンを示す図である。

【0075】なお、図3においては、本実施例において測定された試料3の回折パターンが回折パターンAである。

【0076】図3に示すように本実施例においては、回折角 $2\theta$ が61.3°の付近にPd(111)の回折ピークが観測され、パラジウムの薄膜1が測定されたことが確認された。このとき、試料3の表面に対する回折X線5の出射角 $\alpha$ は、約3.8°であった。

【0077】（第1の比較例）本比較例においては、上述した第1の実施例と比較して、斜出射X線回折測定用試料ホルダ15を用いることなく試料3の回折パターンを測定した。なお、これ以外の測定条件は、第1の実施例と同様である。その結果、図3に示した回折パターンBで表わされる回折パターンが測定された。

【0078】図3に示すように、第1の実施例において測定された回折パターンAは、本比較例において測定された回折パターンBと比較して、回折角 $2\theta$ における低角度側のバックグラウンドが低減されており、これにより、試料3の周辺における空気散乱が除去されていることが確認された。また、第1の実施例において測定された回折パターンAは、本比較例において測定された回折パターンBと比較して、Pd(111)の回折ピークもほとんど減少していないことが確認された。

【0079】（第2の実施例）本実施例においては、上述した第1の実施例と比較して、X線入射窓11及びX線出射窓12の材料をBe箔からAl蒸着マイラーに変更し、更に、容器14のX線入射窓11及びX線出射窓12以外の部分の材料をAlからガラスに変更し、更に、雰囲気制御手段13における容器14内の雰囲気の制御方法を、容器14の内部の空気をHeで置換する制御方法に変更した以外は同様の測定条件で試料3の回折パターンを測定した。

【0080】その結果、図3に示した回折パターンAとほぼ同様の回折パターンが測定され、回折角 $2\theta$ におけ



る低角側のバックグラウンドが除去されていること、また、Pdの回折ピークもほとんど減少していないことが確認された。

【0081】本実施例においては、斜出射X線回折測定用試料ホルダ15における容器14内の空気をHeで置換しているため、ロータリーポンプ等の真空ポンプが不要であるとともに、容器14の内部が大気圧である場合においても、バックグラウンドが低減された回折パターンの測定が可能であるという利点を有している。

【0082】(第3の実施例) 本実施例においては、上述した第1の実施例と同様の構成のものを使用し、以下の測定条件で図3に示したPd(111)の回折ピークの出射角 $\alpha$ に対する依存性を確認した。

【0083】まず、容器14の内部に試料3が固定された斜出射X線回折測定用試料ホルダ15を本装置における試料台(不図示)に固定し、容器14内の空気をロータリーポンプにより排気して容器14の内部の真空度を0.13~1.33Pa程度に制御する。次に、試料3の表面に対する一次X線4の入射角 $\omega$ を58.0°に固定した状態で回折X線5を出射し、回折X線5の回折角 $2\theta$ 及びX線強度を300秒間、測定・記録する。続いて、試料3の表面に対する一次X線4の入射角 $\omega$ を58°から0.1°刻みで63°まで増加させ、入射角 $\omega$ が0.1°増加する度に、回折X線5の回折角 $2\theta$ 及びX線強度を300秒間、測定・記録する。

【0084】上記動作を繰り返すことにより、試料3の回折パターンを測定し、この回折パターンに基づいて、横軸に試料3の表面に対する回折X線5の出射角 $\alpha$ 、縦軸に回折角 $2\theta$ のシフト量を取り、フィッティングを行う。

【0085】このようなフィッティングにより、石英からなる基板2上に形成されたパラジウムからなる薄膜1の表面密度として、10.20g/cm<sup>3</sup>という値が測定された。

【0086】

【発明の効果】以上説明したように本発明においては、試料を内部に保持可能に構成され、かつ、一次X線を透過させて内部に保持された試料に入射させるためのX線入射窓と試料にて回折された回折X線を透過させて斜出

射X線回折測定用試料ホルダの外部に出射させるためのX線出射窓とが互いに分離して形成された容器と、容器の内部の雰囲気制御するための雰囲気制御手段とを設け、試料が保持された容器内の雰囲気が雰囲気制御手段により制御された状態で斜出射X線回折測定が行われる構成としたため、装置を大型化させることなく、バックグラウンドの原因となる試料周辺における空気散乱を除去することができ、その結果、良好なS/B比を有する回折パターンを測定することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の斜出射X線回折測定用試料ホルダの実施の一形態を示す図であり、(a)は、外観斜視図、(b)は、断面図である。

【図2】図1に示した斜出射X線回折測定用試料ホルダを用いた斜出射X線回折測定装置の実施の一形態を示す断面図である。

【図3】図2に示したX線検出器にて測定された試料の回折パターンを示す図である。

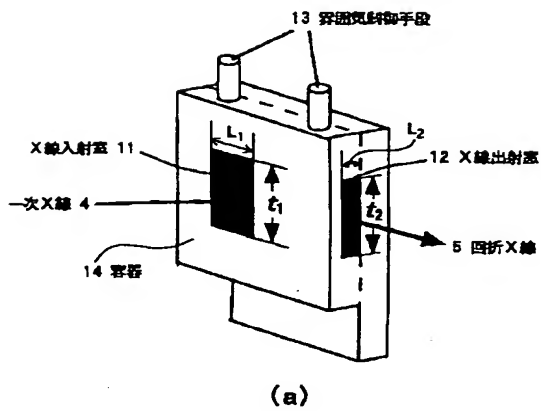
【図4】従来の斜出射X線回折測定装置の一構成例を示す図である。

【符号の説明】

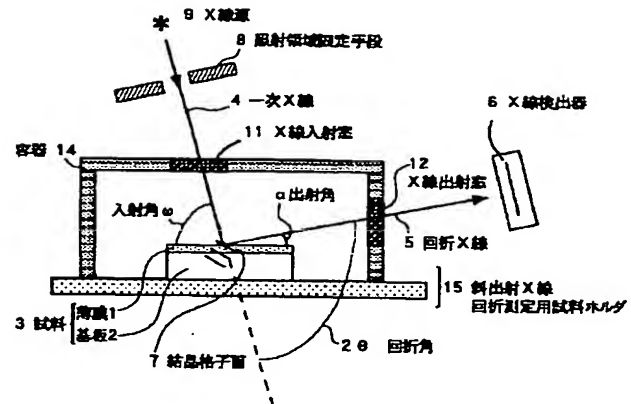
- |           |                 |
|-----------|-----------------|
| 1         | 薄膜              |
| 2         | 基板              |
| 3         | 試料              |
| 4         | 一次X線            |
| 5         | 回折X線            |
| 6         | X線検出器           |
| 7         | 結晶格子面           |
| 8         | 照射領域制限手段        |
| 9         | X線源             |
| 11        | X線入射窓           |
| 12        | X線出射窓           |
| 13        | 雰囲気制御手段         |
| 14        | 容器              |
| 15        | 斜出射X線回折測定用試料ホルダ |
| $\omega$  | 入射角             |
| $\alpha$  | 出射角             |
| $2\theta$ | 回折角             |



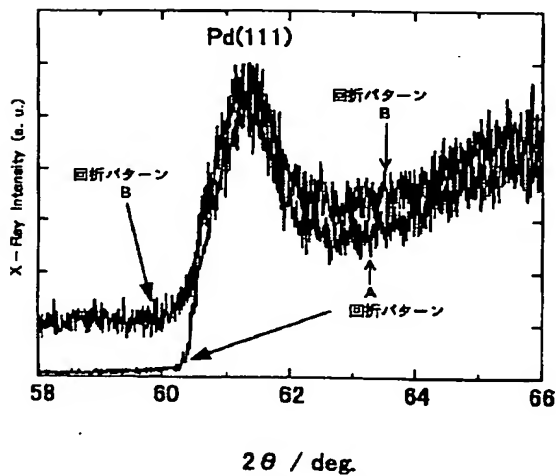
【図1】



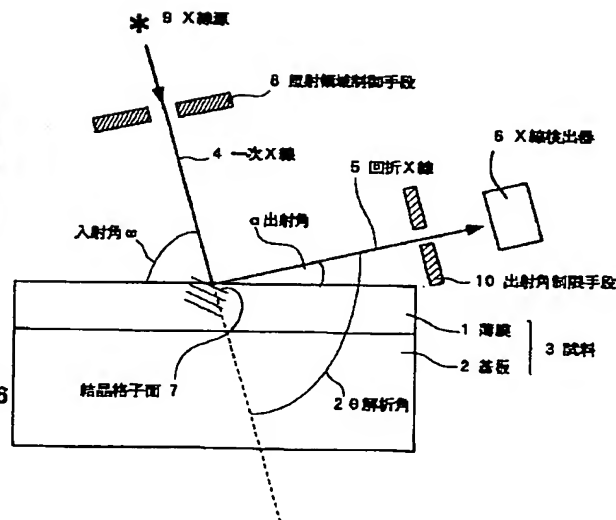
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

Fターム(参考) 2G001 AA01 BA18 CA01 DA01 DA02  
DA08 EA09 FA08 GA13 JA14  
KA01 KA08 MA05 PA07 QA02  
QA10 SA10